

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-288342

(43)Date of publication of application : 17.10.2000

(51)Int.Cl.

B01D 53/58
B01D 53/34
B01D 53/68
B01D 53/77

(21)Application number : 11-099796

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD
JAPAN PIONICS CO LTD

(22)Date of filing : 07.04.1999

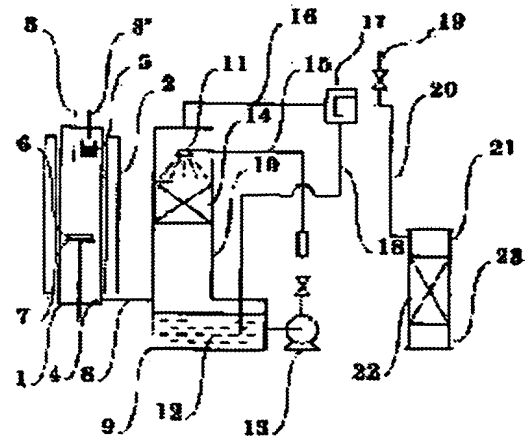
(72)Inventor : TAKEMOTO KIKUROU
MOTOKI KENSAKU
MATSUSHIMA MASATO
OTSUKA KENJI
MURANAGA NAOKI
AMISHIMA NOBORU

(54) METHOD AND APPARATUS FOR PURIFYING WASTE GAS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To make efficiently and stably treatable a waste gas from a gallium nitride film semiconductor fabrication apparatus by controlling the product of the value, which is calculated by dividing a waste gas flow rate in a pipe by the cross-section surface of the pipe connecting the fabrication apparatus and a wet type absorptive waste gas treatment apparatus, and the length of the pipe, to be within a specified range.

SOLUTION: As a HVPE furnace, a reaction furnace 1 made of quartz is used and the reaction furnace is equipped with a supply pipe 3 for supplying a gas mixture of ammonia and hydrogen, a supply pipe 3' for supplying hydrochloric acid and hydrogen, a waste gas discharge outlet 4, a metal gallium port 5, a substrate 6 put on a susceptor 7, and a heater 2. On the other hand, a wet type absorptive purification apparatus 9 is so composed as to fill an absorption cylinder 10 with layered filters 14 by overlaying the filters and as to spray an absorption solution 12, which is an aqueous solution of hydrochloric acid, from a spray nozzle 12 by a circulation pump 13. The product of the value, which is calculated by dividing a waste gas flow rate in a pipe 8 by the cross-section surface of the pipe 8 connecting the waste gas discharge outlet 4 and the purification apparatus 9, and the length of the pipe 8 to be within the range from 100 to 25,000.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-288342

(P2000-288342A)

(43) 公開日 平成12年10月17日 (2000. 10. 17)

(51) Int. Cl.⁷

識別記号

F I

テームト* (参考)

B 0 1 D 53/58

B 0 1 D 53/34

1 3 1

4 D 0 0 2

53/34

Z A B

Z A B

53/68

1 3 4 B

53/77

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平11-99796

(22) 出願日

平成11年4月7日 (1999. 4. 7)

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(71) 出願人 000229601

日本バイオニクス株式会社

東京都港区西新橋1丁目1番3号

(72) 発明者 竹本 菊郎

兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友

電気工業株式会社伊丹製作所内

(74) 代理人 100078732

弁理士 大谷 保

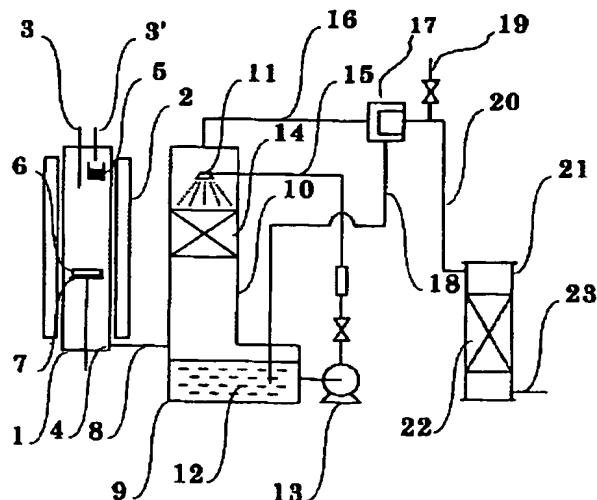
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 排ガスの浄化方法及び浄化装置

(57) 【要約】

【課題】 窒化ガリウム膜半導体製造装置、特にHVP E法装置から排出される排ガスを浄化する装置であつて、設置スペースが小さく、建設費用が少なく、安定して効率よく浄化できる浄化方法及び浄化装置を開発する。

【解決手段】 湿式吸収法浄化装置を用い、半導体製造装置と該湿式吸収法排ガス浄化装置と接続する配管を、該配管の断面積で排ガス流量を除した値と配管長との積が100から25000の範囲となるようにする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属ガリウムに塩化水素ガスを流通して発生する塩化ガリウム（GaCl）ガスをガリウム源としてこれとアンモニアとの反応により気相成長させて成膜する窒化ガリウム膜半導体の製造装置からの排ガスを処理する湿式吸収法排ガス浄化方法において、該製造装置と湿式吸収法排ガス浄化装置とを接続する配管と該配管内の排ガス流量との関係を、該配管の断面積（ cm^2 ）で排ガス流量（ $\text{cm}^3/\text{秒}$ ）を除した値と該配管の長さ（ cm ）との積が100から25000の範囲となるようにしたことを特徴とする排ガスの浄化方法。

【請求項2】 湿式吸収法排ガス浄化装置に用いる吸収液が塩酸または塩酸より酸性度の弱い酸の水溶液である請求項1に記載の排ガスの浄化方法

【請求項3】 金属ガリウムに塩化水素ガスを流通して発生する塩化ガリウム（GaCl）ガスをガリウム源としてこれとアンモニアとの反応により気相成長させて成膜する窒化ガリウム膜半導体製造装置からの排ガスを浄化する湿式吸収法排ガス浄化装置において、該湿式吸収法排ガス浄化装置が、これと上記窒化ガリウム膜半導体製造装置とを接続する配管であって、その断面積（ cm^2 ）で該配管内の排ガス流量（ $\text{cm}^3/\text{秒}$ ）を除した値と該配管の長さ（ cm ）との積が100から25000の範囲となるような配管を有することを特徴とする排ガスの浄化装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、半導体製造装置から排出される排ガスの浄化方法および浄化装置に関し、更に詳細には、アンモニアを大量に使用する窒化ガリウム膜半導体製造装置から排出される排ガスを浄化する方法および浄化装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 化合物半導体である窒化ガリウム膜半導体は発光素子、受光素子として光通信分野を中心に近年急速に需要が高まっている。窒化ガリウム膜半導体の製造方法としては、トリメチルガリウムを代表とする有機金属ガスをガリウム源として用い、これとアンモニアガスとの反応により気相成長させて成膜するMOCVD法と、金属ガリウムに塩化水素ガスを流通して発生する塩化ガリウム（GaCl）ガスをガリウム源としてこれとアンモニアガスとの反応により気相成長させて成膜するHVPE法（ハイドライドVPE法）がよく知られている。これらの方法はいずれにおいてもアンモニアガスからの窒素の取り込みの効率が低いために多量のアンモニアガスを必要とする。特にMOCVD法ではアンモニアガスの使用量が多く、成膜処理の後に多量の未反応アンモニアガスを排出する。

【0003】 HVPE法とは、第一の温度にて金属ガリウムと塩化水素との反応によって塩化ガリウム（GaCl

1）を合成し、第2の温度にてその塩化ガリウムとアンモニアとの反応によって、あらかじめセットされた基板上に窒化ガリウム膜を成長させるものである。反応炉は、ホットウォール型で、通常は常圧で成長が行われる。上記HVPE法はMOCVD法に比べればアンモニアガスの使用量は少ないものの、多量の未反応アンモニアガスと同時に微量の塩化水素ガスおよび多量の塩化アンモニウムの粉末を排出する。アンモニアガスおよび塩化水素ガスは有害ガスであるため、半導体製造装置から排出されるこれらの有害ガスを含む排ガスは大気中に放出するに先立って浄化する必要がある。

【0004】 化学工業の分野におけるアンモニアガスの浄化方法としては、一般には水または酸の水溶液を吸収液として用いる方法、あるいはアンモニアと錯塩を形成する銅塩などの水溶液を吸収液として用いる湿式吸収法が古くからよく知られており、実用化されている。同様に塩化水素ガスの浄化方法としては、水またはアルカリの水溶液を吸収液とした湿式吸収法が古くから知られており、実用化されている。半導体製造工業の分野においては、湿式吸収法の浄化装置を常圧式半導体製造装置の直後に一次浄化装置として用いると、吸収液から半導体製造装置への水分の逆拡散が起こることにより製品に悪影響が出ることから、このような方法は浄化対象排ガスの種類を問わず殆ど実用化されていなかった。

【0005】 このため、半導体製造工業の分野において、湿式吸収法が実用化されているのは、半導体製造装置と浄化装置の間に真空ポンプなどが設置されることによりガス流路が機械的に絶縁されていて、吸収液からの水分の逆拡散が起こらないような減圧式半導体製造装置直後の一次浄化の場合である。このほか、湿式吸収法が用いられるのは各種半導体製造装置の直後で湿式吸収法以外の浄化方法により一次浄化を終えた後の排気を集合した最終浄化装置の場合であった。このような排ガスの最終浄化装置の場合には、各種半導体製造装置からの排気を集合しているため風量が大きく、湿式吸収法のようにスケールアップが容易なものが好適である。

【0006】 一方、半導体製造工業の分野において、アンモニアガスを使用する半導体製造装置は数多くある。しかし、窒化ガリウム膜半導体製造装置以外は比較的アンモニアガスの使用量が少ないので、一次浄化方法として様々な方法での対応が可能であった。このような一次浄化方法の例としては、活性炭などの吸着剤を充填した容器に排ガスを導入して物理吸着作用により浄化する乾式吸着法、アンモニアと化学反応性を有する薬剤を充填した容器に排ガスを導入して化学反応により浄化する乾式反応法、水素ガスやプロパンガスなどを燃料として燃焼火炎中に浄化対象排ガスを導入してアンモニアガスを窒素と水分に変換して処理する燃焼法などがあげられる。

【0007】 窒化ガリウム膜半導体製造装置のうち、M

OCVD法からの排出ガスの一次浄化に関しては、加熱下の触媒上に排ガスを導入してアンモニアガスを窒素ガスと水素ガスに分解する触媒分解法と、上記乾式反応法を組み合わせた方式が好適に用いられている。MOCVD法からの排出ガスには、多量のアンモニアガスと窒素ガス、水素ガスおよび極微量のトリメチルガリウムなどの有機金属ガスが含まれる。これらのうち、窒素ガスと水素ガスは浄化の必要性がなく、極微量のトリメチルガリウムなどの有機金属ガスについては公知の乾式反応法により浄化が可能である。このため有機金属ガスによる分解触媒の被毒を防止する目的で最初に乾式反応法により有機金属ガスを浄化し、次に加熱下の触媒上でアンモニアガスを窒素ガスと水素ガスに分解する。その後化学平衡により未分解で残留する微量のアンモニアガスを公知の乾式反応法により浄化する方法などが知られている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】窒化ガリウム膜半導体製造装置のうちHVPE法からの排出ガスには、MOCVD法の1/10量程度のアンモニアガスと窒素ガス、水素ガスおよび極微量の塩化水素ガス、塩化ガリウムガスと多量の塩化アンモニウムの粉末が含まれる。このような特性上、一次浄化に上記のような触媒分解法と乾式反応法を組み合わせた方式で対応するには、アンモニアガスの処理量が少ない割には浄化装置の建設費用が大であること、設置スペースが大であることなどから適当ではない。また塩化水素ガス、塩化ガリウムガスおよび多量の塩化アンモニウムの粉末も分解触媒の被毒の原因となるので分解筒の上流で予め浄化する必要がある。このため、一般的には、はじめにフィルターを設置して塩化アンモニウムの粉末を除去し、その後に乾式浄化筒により塩化水素ガスなどを浄化する。この場合、塩化アンモニウムの粉末が微粉末のうえ多量であるのでフィルターなどを用いても処理が困難であるという問題がある。また、フィルターを設置しない場合は、乾式浄化筒を閉塞させる虞がある。

【0009】燃焼式浄化法の場合は塩化アンモニウムの粉末が燃焼ノズルを閉塞させる虞があるので、予め粉末をフィルターなどを用いて処理しなければならず、その処理が困難であるという不都合がある。またこの場合、処理するアンモニア量の約半分がNO_xとなるので環境汚染の虞も残される。また、湿式吸収法ではHVPE法が常圧式半導体製造装置を用いるものであるため、吸収液からの水分の逆拡散により製品に悪影響を及ぼすことが懸念される。

【0010】以上のような理由から、HVPE法での一次浄化方法として、現在は乾式法が採用されている。乾式反応法は浄化効率が高くアンモニアガスを完全に除去でき、取り扱いも容易であり、設置スペースも小さくて済むという優れた特徴がある。さらに充填する薬剤を組

み合わせるにより塩化水素ガス、塩化ガリウムガスをも同時に除去することができるという利点もある。

【0011】しかしながら乾式反応法においても塩化アンモニウムの粉末が薬剤の間に堆積して圧力損失を徐々に増大させるため、薬剤の能力を全部使い切る前に圧力損失の上昇により使用不能となるという問題がある。また乾式反応法の薬剤が比較的高価なため処理のランニングコストが高いこと、処理後の薬剤が産業廃棄物として多量に出ることなどが問題とされている。

【0012】以上の点に鑑みて、本発明の目的は、窒化ガリウム膜半導体製造装置のうち、特にHVPE法からの排ガスを安定して効率的に処理することにある。具体的には、排ガス浄化装置の設置スペースが小さく、建設費用が少なく、また、排ガス浄化装置から半導体製造装置への水分の逆拡散による製品への悪影響を与えることのない、排ガス処理のランニングコストの低い排ガスの浄化方法及び浄化装置を開発することである。また本発明の目的は、排ガス浄化装置の取り扱いが容易であり、アンモニアガスや塩化水素ガスとともに塩化ガリウムガスをも同時に完全に除去でき、かつ塩化アンモニウムの粉末による圧力損失の上昇を生じることがなく、更にNO_xなどによる環境汚染を生じることなく、産業廃棄物を減少させることのできる排ガスの浄化方法および浄化装置を提供することである。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者らはこれらの問題点を解決する方法について鋭意研究を重ねた結果、窒化ガリウム膜半導体製造装置と湿式吸収法排ガス浄化装置とを結ぶ配管の断面積と長さおよび該配管中におけるガス流量の関係を特定することにより、配管における塩化アンモニウム粉末の付着による圧力損失増大を防止することができ、かつ浄化装置の吸収液からの水分の逆拡散を完全に防止できることを見出した。また上記吸収液に塩酸または塩酸より酸性度の弱い酸の水溶液を用いることにより、排ガス中に微量含まれる塩化ガリウムの粉末、および多量に含まれる塩化アンモニウムの粉末を溶解除去することができることを見出した。これによって半導体製造装置と排ガス浄化装置とを接続する配管中で結晶析出による吸収液循環系でのトラブルの発生もなく、しかもアンモニアガスを大量に吸収処理することができること、更には吸収液からのアンモニアガスや塩化水素ガスなどの酸性ガスの脱離量を極めて低いレベルに押さえることができることを見出した。

【0014】さらに吸収液から微量脱離するアンモニアガスや塩化水素ガスなどの酸性ガスを除去するため、浄化装置の後段に水を吸収液とした湿式吸収法の排ガス浄化装置を設けるか、あるいはミストセパレータによりおよび必要に応じて乾燥ガスを追加導入して水分凝縮を防止した上で公知の乾式浄化装置を設けることにより完全な浄化ができることを見出し本発明を完成した。

【0015】すなわち本発明は、金属ガリウムに塩化水素ガスを流通して発生する塩化ガリウム（GaCl）ガスをガリウム源としてこれとアンモニアとの反応により気相成長させて成膜する窒化ガリウム膜半導体の製造装置からの排ガスを処理する湿式吸収法排ガス浄化方法において、該製造装置と湿式吸収法排ガス浄化装置とを接続する配管と該配管内の排ガス流量との関係を、該配管の断面積（ cm^2 ）で排ガス流量（ $\text{cm}^3/\text{秒}$ ）を除した値と該配管の長さ（ cm ）との積が100から25000の範囲となるようにしたことを特徴とする排ガスの浄化方法である。

【0016】また本発明は、金属ガリウムに塩化水素ガスを流通して発生する塩化ガリウム（GaCl）ガスをガリウム源としてこれとアンモニアとの反応により気相成長させて成膜する窒化ガリウム膜半導体製造装置からの排ガスを浄化する湿式吸収法排ガス浄化装置において、該湿式吸収法排ガス浄化装置が、これと上記窒化ガリウム膜半導体製造装置とを接続する配管であって、その断面積（ cm^2 ）で該配管内の排ガス流量（ $\text{cm}^3/\text{秒}$ ）を除した値と該配管の長さ（ cm ）との積が100から25000の範囲となるような配管を有することを特徴とする排ガスの浄化装置である。

【0017】

【発明の実施の形態】本発明は、半導体製造装置からの排ガスを浄化する方法および浄化装置に適用される。更に詳細には、窒化ガリウム膜半導体製造装置から排出されるアンモニアガスを大量に含む排ガスを浄化する方法および浄化装置に適用される。

【0018】本発明は、HVPE法等による窒化ガリウム膜半導体製造装置と湿式吸収法排ガス浄化装置とを結ぶ配管とそのガス流量の関係において、配管の断面積（ cm^2 ）でガス流量（ $\text{cm}^3/\text{秒}$ ）を除した値と配管の長さ（ cm ）との積を100から25000、好ましくは200から5000、更に好ましくは500から2000の範囲とするものである。ここで、配管径はガス流量に応じて定められるが、その断面形状を円形と見なしたときの相当直径（ cm ）が、通常は1から20 cm 、好ましくは2から15 cm 、さらに好ましくは3から10 cm である。また、配管の長さについては、半導体製造装置の反応炉と浄化装置との設置位置の関係で適宜定められるものであるが、配管の断面積（ cm^2 ）でガス流量（ $\text{cm}^3/\text{秒}$ ）を除した値と配管の長さ（ cm ）との積が100から25000の範囲となるように考慮して設定される。

【0019】ここでガス流量が少な過ぎて上記100から25000の範囲を満たさない場合には、別に窒素ガスなどを追加導入して条件の適正化を計ることもできる。配管の断面積（ cm^2 ）でガス流量（ $\text{cm}^3/\text{秒}$ ）を除した値と配管の長さ（ cm ）との積が100より小さい場合には、水分の逆拡散の起こる不都合があり、2

5000より大きい場合には、圧力損失が大となる不都合がある。また配管の相当直径が1 cm より小さい場合には、塩化アンモニウム粉末の付着による配管内の詰まりにより、圧力損失の増大を招く場合があるので好ましくなく、相当直径が20 cm より大きい場合はガスの流れが不安定となり水分の逆拡散を生じる虞があり好ましくない。

【0020】本発明において、湿式吸収法排ガス浄化装置におけるアンモニアの吸収液に用いる酸の種類としては、塩酸または塩酸より酸性度の弱い酸、例えば磷酸、酢酸などを用いることができる。このうち、価格や塩類の溶解度、および排ガス浄化後の吸収液の処理などの点から塩酸の水溶液を用いることが好ましい。吸収液中の酸の濃度に特別な制約はないが、濃度が高いほどアンモニアガスの吸収容量は増大するので有利である。

【0021】しかし、アンモニアガスの吸収液中には、アンモニアガスの吸収によって生成するアンモニウム塩のほか、半導体製造装置から流入する塩化アンモニウム粉末の量が経過時間とともに増大し、やがて塩化アンモニウムおよびアンモニウム塩の溶解限度を越えることとなる。その結果、結晶析出による詰まりなどのトラブルを招くので、吸収液に用いる酸の濃度は通常は15重量%以下が好ましい。吸収液として塩酸より酸性度の強い酸を用いた場合には、強い酸が流入する塩化アンモニウム粉末を分解して塩化水素ガスを発生させることがあるため、後段の乾式浄化装置での負担が増加することがある。

【0022】本発明においては、湿式吸収法浄化装置の後段に、さらに水を吸収液とした湿式吸収法の排ガス浄化装置を設けるか、またはミストセパレータによりおよび必要に応じて乾燥ガスを追加導入することなどによって水分凝縮を防止した上で、公知の乾式浄化装置に導入することにより、窒化ガリウム膜半導体製造装置からの排出ガスを安定して効率的に浄化することができる。

【0023】なおこの方式は、HVPE炉からの排ガスの浄化に用いられるほか、量産炉ではないが、アンモニアガスを大量に消費する小型のMOCVD炉等からの排出ガスの浄化にも適用可能である。その場合は、湿式吸収法浄化装置の前段に、有機金属等を除去するために乾式反応法あるいは乾式吸着法による浄化装置を設置しておくことが好ましい。

【0024】

【実施例】以下に、本発明を実施例により更に具体的に説明するが、本発明はこれらにより限定されるものではない。

（実施例1）

（半導体製造装置及び排ガス浄化装置）図1に示すようなHVPE炉による窒化ガリウム膜半導体製造装置及び湿式吸収法浄化装置を製作した。HVPE炉として、アンモニアと水素の混合ガスの供給配管3、塩化水素と水

素の供給配管3'、排ガス出口4、金属ガリウムが入れたポート5、及びサセプター7上に置かれた基板6を有し、ヒータ2が備えられた石英製の反応炉1を用いた。但し、後段のミストセパレータ17、乾式浄化筒21の設置及び窒素ガスの供給は行わなかった。

【0025】湿式吸収法浄化装置9は、内側の一边の長さが140mmの正方形角筒の吸収筒10に、厚さ50mmの積層フィルター14（旭化成（株）製、サランロックフィルタ）が4段重ねあわせて充填され、循環ポンプ13を介しスプレーノズル11より積層フィルターの上部から塩化水素の水溶液からなる吸収液12を散布して吸収させる構造としたものである。また、排ガス出口4と湿式吸収法浄化装置9との間を、内径4.53cm、長さ150cmのステンレス製の配管8で接続した。

【0026】（排ガス浄化試験）以下のようにして、サファイヤ基板上にGaNを成長させた。図1に示したHVPE炉において、Ga金属を入れたポート5は、常に800℃以上1000℃以下に保たれ、サファイヤ基板6のセット位置付近は、低温バッファ層の成長時には、400～600℃に保持し、その後のエピタキシャル成長時には800～1100℃に保たれるようにした。

【0027】また、成長手順は次のようにして行った。サファイヤ基板6を反応炉にセット後、1050℃にて、水素雰囲気中でクリーニングした。次にサファイヤ基板を550℃にて、塩化水素ガスを流量5sccm（standard cubic centimeter per minute）で、アンモニアを流量0.5slm（standard liter per minute）で、各々供給配管3'、3より水素キャリアーと共に全流量約5slmで約20分間流し、低温バッファ層を成長させた。その後、サファイヤ基板6付近を成長温度1020℃まで昇温して、塩化水素ガスを流量10sccmで、アンモニアガスを流量1slmで水素キャリアーと共に全流量5slmで約20分間流すことにより、サファイヤ基板上に厚さ約10μmのGaNエピタキシャル成長層を得た。このような、成長操作を5回繰り返して実施した。またこの間、湿式吸収法浄化装置9では、常温で、2.3mol/lの塩化水素水溶液を6L/m（liter per minute）の流量で循環させて、HVPE炉からの排ガスを浄化した。

【0028】その結果、排ガス出口と湿式吸収法浄化装置との間の配管に詰まり等の発生は全く見られず、円滑な成長作業が行われた。また、反応炉と湿式吸収法浄化装置出口間の圧力差は、常に4mmH₂Oであり、圧力損失の上昇は見られなかった。湿式吸収法浄化装置から排出された排気ガスをアンモニアの検知管（ガステック（株）製、3La型、検知感度2.5～250ppm）で分析したところ、アンモニア含有量は検出限界以下であった。また同じように、排ガス中の塩化水素の濃度を

検知管（ガステック（株）製、14L型、検知感度1～20ppm）で測定したところ、3ppm以下であった。

【0029】この場合の配管の断面積（cm²）で排ガス流量（cm³/秒）を除いた値と該配管の長さ（cm）との積は776であり、100から25000の範囲にあった。また、湿式吸収法浄化装置からの反応炉への水蒸気の逆拡散による、成長したGaNEピタキシャル層への影響を調査するため、成長したGaNEピタキシャル層の特性を評価した。その結果、電気特性については、キャリア濃度2.0E17/cm²、キャリア移動度420cm²/Vsであった。また、フォトルミネッセンスを測定したところ、4.2Kにて357nmで強いバンド端発光が見られ、長波長領域での発光は認められず、良好な特性を示した。

【0030】（実施例2）実施例1における、反応炉と湿式吸収法浄化装置とを接続する配管を、内径7.31cm、長さ150cmに変え、湿式吸収法浄化装置の後段に酸化亜鉛を主成分とする乾式浄化剤が充填された乾式浄化筒を設けると共に、乾式浄化筒の直前で乾燥窒素ガスを2slmで導入したほかは、実施例1と同様にし、窒化ガリウムのエピタキシャル成長を5回繰り返した。

【0031】この間、特に塩化アンモニウムの詰まり等の発生は全く見られなかった。また、反応炉と乾式浄化筒出口との間の圧力差は常に9mmH₂Oであり、浄化装置全体での圧力損失上昇の兆候は見られなかった。また、乾式浄化筒出口からの排ガス中には、アンモニアは検出されなかった。さらに、塩化水素も検出されなかった。

【0032】この場合の配管の断面積（cm²）で排ガス流量（cm³/秒）を除いた値と該配管の長さ（cm）との積は、298であり、100から25000の範囲にある。なお、本実験で成長させたGaNEピタキシャル層の電気特性を評価したところ、実施例1で得られたものと同様の優れた特性を示した。

【0033】（実施例3）実施例2における、反応炉と湿式吸収法浄化装置とを接続する配管を内径3.1cm、長さ150cmに変えたほかは、実施例2と同様にし、窒化ガリウムのエピタキシャル成長を5回繰り返した。

【0034】この間、塩化アンモニウムの詰まり等の発生は全く見られなかった。また、反応炉と乾式浄化筒出口との間の圧力差は常に9mmH₂Oであり、浄化装置全体での圧力損失上昇の兆候は見られなかった。また、乾式浄化筒出口からの排ガス中には、アンモニアも塩化水素も検出されなかった。この場合の配管の断面積（cm²）で排ガス流量（cm³/秒）を除いた値と該配管の長さ（cm）との積は、1657であり、100から25000の範囲にある。なお、本実験で成長させたG

a Nエピタキシャル層の電気特性を測定したところ、実施例1で得られたものと同様の優れた特性を示した。

【0035】(実施例4)実施例2における、反応炉と湿式吸収法浄化装置とを接続する配管を内径1.14 cm、長さ150 cmに変えたほかは、実施例2と同様にして、窒化ガリウムのエピタキシャル成長を5回繰り返した。

【0036】この間、塩化アンモニウムの詰まり等の発生は全く見られなかった。また、反応炉と乾式浄化筒出口間の圧力差は常に10 mmH₂Oであり、浄化装置全体での圧力損失上昇の兆候は見られなかった。また、乾式浄化筒出口からの排ガス中には、アンモニアも、塩化水素も検出されなかった。この場合の配管の断面積 (cm²) で排ガス流量 (cm³/秒) を除した値と該配管の長さ (cm) との積は、12240であり、100から25000の範囲にある。なお、本実験で成長させたGa Nエピタキシャル層の電気特性を測定した。その結果、実施例1で得られたものと同様の優れた特性を示した。

【0037】(比較例1) 実施例2における、反応炉と湿式吸収法浄化装置とを接続する配管を内径14.96 cm、長さ100 cmに変えたほかは、実施例2同じ条件で窒化ガリウムのエピタキシャル成長を5回繰り返した。

【0038】この間、反応炉と乾式浄化筒出口との間の圧力差は9 mmH₂Oで一定していた。この場合、配管の断面積 (cm²) で排ガス流量 (cm³/秒) を除した値と該配管の長さ (cm) との積は47であり、本発明の範囲外に当たる。本実験で成長させたGa Nエピタキシャル層の特性を評価した。その結果、電気特性については、キャリア濃度5E19/cm²、キャリア移動度75 cm²/Vsであった。また、フォトルミネッセンスを測定したところ、4.2 Kにて357 nmでバンド端発光が見られるほか、長波長領域での発光が混在していた。

【0039】(比較例2) 実施例2における配管を、内径0.6 cm、長さ100 cmに変えたほかは、実施例2と同様にして窒化ガリウムの成長を行った。この場合、配管の断面積 (cm²) で排ガス流量 (cm³/秒) を除した値と該配管の長さ (cm) との積は29488であり、本発明の範囲外に当たる。反応炉と乾式浄化筒出口との間の圧力差は、最初は19 mmH₂Oであったが、気相成長中徐々に圧力差が増大し、256 mm

H₂Oに達した。このため、配管を取り外して点検したところ、配管内に多量の塩化アンモニウムの付着していることが認められた。

【0040】

【発明の効果】本発明による排ガスの浄化方法及び浄化装置により、水分の逆拡散による半導体特性に劣化を生じることなしに窒化ガリウムのエピタキシャル成長を行うことができるようになった。また、本発明による排ガスの浄化方法及び浄化装置によれば、排ガス流路において、乾式吸着法による浄化装置のようにガスの流れが妨げられやすい窮屈な構造を有しないため、排ガス流路での塩化アンモニウムの詰まりを生じることがなく、繰り返し、窒化ガリウムのエピタキシャル成長を行うことができるようになった。

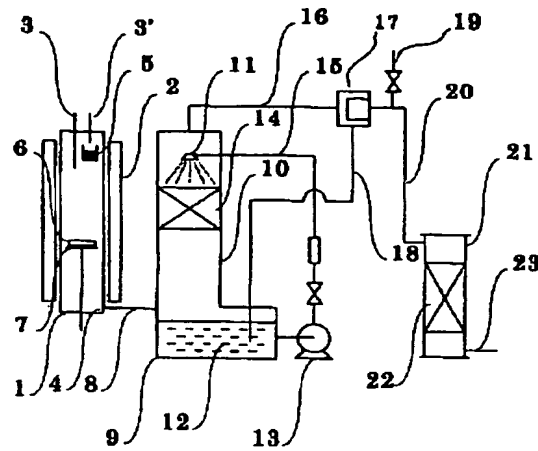
【図面の簡単な説明】

【図1】半導体製造装置及び本発明の排ガス浄化装置の一例を示す概略工程図

【符号の説明】

- 1 反応炉
- 2 ヒーター
- 3 アンモニアと水素の混合ガス供給配管
- 3' 塩化水素と水素の混合ガス供給配管
- 4 排ガス出口
- 5 金属ガリウムポート
- 6 基板
- 7 サセプター
- 8 配管
- 9 湿式吸収法浄化装置
- 10 吸収筒
- 11 スプレーノズル
- 12 吸収液
- 13 ポンプ
- 14 積層フィルター
- 15 吸収液循環用配管
- 16 吸収筒出口配管
- 17 ミストセパレータ
- 18 ミストセパレータ戻り配管
- 19 窒素供給配管
- 20 乾式浄化筒入り口配管
- 21 乾式浄化筒
- 22 乾式浄化剤
- 23 排ガスパージライン

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 元木 健作
兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72)発明者 松島 政人
兵庫県伊丹市昆陽北1丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72)発明者 大塚 健二
神奈川県平塚市田村5181番地 日本パイオ
ニクス株式会社平塚研究所内

(72)発明者 村永 直樹
神奈川県平塚市田村5181番地 日本パイオ
ニクス株式会社平塚研究所内

(72)発明者 網島 登
神奈川県平塚市田村5181番地 日本パイオ
ニクス株式会社平塚研究所内

Fターム(参考) 4D002 AA13 AA18 AA19 AA40 AC10
BA02 BA16 CA01 DA19 DA26
EA05 EA14 GA01 GA03 GB01
GB04 GB08 GB09 GB20 HA01